

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-237349

(43)公開日 平成10年(1998)9月8日

(51)Int.Cl.⁶

C 0 9 C 1/56

C 0 9 D 11/00

識別記号

F I

C 0 9 C 1/56

C 0 9 D 11/00

審査請求 未請求 請求項の数 9 O.L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平9-358919

(22)出願日 平成9年(1997)12月26日

(31)優先権主張番号 特願平8-347529

(32)優先日 平8(1996)12月26日

(33)優先権主張国 日本 (JP)

(71)出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72)発明者 見勢 信猛

北九州市八幡西区黒崎城石1番1号 三菱

化学株式会社黒崎事業所内

(74)代理人 弁理士 長谷川 曜司

(54)【発明の名称】 酸化処理カーボンブラック、その製造方法及びこれを含有する水性分散液並びに水性インキ

(57)【要約】

【課題】 特にインクジェット用又は筆記用のインキに
使用した場合にノズルのオリフィス中またはその先端で
の詰まりや沈降物発生が無く、安定したインキの吐出
安定性が得られる黒色顔料として好適なカーボンブラックを得る。

【解決手段】 水の存在下、カーボンブラックの全酸性
基量が $3 \mu\text{eq u}/\text{m}^2$ 以上となるまでオゾンによりカ
ーボンブラックを酸化することを特徴とする酸化処理カ
ーボンブラックの製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】水の存在下、カーボンブラックの全酸性基量が $3 \mu\text{eq u}/\text{m}^2$ 以上となるまでオゾンによりカーボンブラックを酸化することを特徴とする酸化処理カーボンブラックの製造方法。

【請求項2】アルカリ金属及びアルカリ土類金属の総含有量が1重量%以下のカーボンブラックを酸化することを特徴とする請求項1記載の酸化処理カーボンブラックの製造方法。

【請求項3】硫黄及び硫黄化合物の総含有量が、硫黄分析値として0.5重量%以下のカーボンブラックを酸化することを特徴とする請求項1記載の酸化処理カーボンブラックの製造方法。

【請求項4】請求項1～3のいずれかに記載の製造方法で得られた酸化処理カーボンブラック。

【請求項5】抽出フミン酸濃度が、抽出液の吸光度で1以下である請求項4記載の酸化処理カーボンブラック。

【請求項6】請求項4又は5記載の酸化処理カーボンブラックを0.5～50重量%含有するカーボンブラック水性分散液。

【請求項7】pHが2～10である請求項6記載のカーボンブラック水性分散液。

【請求項8】請求項6又は7記載のカーボンブラック水性分散液を用いた水性インキ。

【請求項9】インクジェット用インキである請求項8記載の水性インキ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、特にインクジェット用インキ並びに筆記用インキの顔料として好適に使用される酸化処理カーボンブラック及びその製造方法、並びにこの酸化処理カーボンブラックを含有する水性インキに関する。

【0002】

【従来技術】インクジェット記録は、記録時の騒音が小さい、カラー印刷が可能、高速印字が可能、普通紙に印刷が可能で高品位であることと言った特徴を持つことからパーソナル用、オフィス用を問わずコンピュータの印刷用に広く使用されている。このインクジェット印刷は種々の方式があり、記録ヘッドの中にある細いノズル中のインクを静電エネルギーにより吐出を行う方法、及び記録ヘッド内において発熱帶に電流を流し、その発熱により気泡を発生させてノズルからインキを吐出せることにより、印刷を行う方法が挙げられる。このようなインクジェット記録用いられるインキとしては、従来は染料を水に溶解または分散した水性インキが用いられてきた。この様な水性インキは万年筆、ボールペン等の筆記具にも用いられている。

【0003】これらの用途に用いられる記録用のインキに要求される性能としては、次の様な項目が上げられ

る。

- (1) 印字または筆記物に滲みが生じないこと
- (2) 印字または筆記物が光、または熱により退色しないこと
- (3) 長期間放置したときでも記録ヘッド内のノズルやペン先に目詰まりを生じないこと
- (4) 保存安定性が良いこと
- (5) インキの粘度が低いこと

上述のように従来、これらの用途のインキでは着色剤として染料を、水に溶解または分散したインキが用いられてきたが、染料を用いた場合、印字または筆記物に滲みが出やすく光により退色するという問題を有することから、最近カーボンブラックを黒色顔料として使用したインキが注目されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながらこのカーボンブラックをインキ用顔料として用いた場合、カーボンブラックの表面が親油性であるために、カーボンブラックの水中での分散性が悪く、ノズルやペン先にカーボンブラックが目に詰まったり、保存中に凝集物を生じ使用不可能となる。このため、各種の分散剤の添加が必要とされている。ここで分散剤としては、カーボンブラックと馴染みの良い親油性基と、水と馴染みの良い親水基との両方の基を分子内に含有する分散剤、具体的には主に樹脂分散剤が、分散性あるいは分散安定性を改良するために用いられている。

【0005】しかしながら、このような樹脂分散剤はカーボンブラック表面に結合させることによりその効果を期待するものであるため、カーボンブラック表面に結合する量以上に添加しないと分散効果が得られない。このため液中に余分な分散剤が残り、それがノズルやペン先のインクが乾燥したときに、再溶解性の乏しい固体となり、目詰まりの原因となる。また、分散剤を添加することによりインキの粘度が高くなり、安定したインキの吐出性が得られないという問題も生ずる。

【0006】この様な問題点を改善するため、特開平8-3498号公報ではカーボンブラックに次亜塩素酸ソーダ溶液を作用し、カーボンブラックを市販品以上に酸化処理しその表面を親水化処理することにより、分散剤を使わずに分散安定性を改良する試みが記載されている。しかしながらこの方法では、液中に酸化剤として用いた多くの塩素イオンやナトリウムイオンが存在するため、これをインキとして用いるには、一旦反応物を濾過し、その後逆浸透膜や限外濾過等により精製をする必要がある。また、100℃の高温で12時間もの長時間酸化処理を行っているため、水に可溶なフミン酸が生成する。また、市販カーボンブラックを更に酸化処理をするものとして、特開平7-258578号公報には気相の低濃度オゾンを使用し長時間市販カーボンブラック以上に酸化処理することが記載されている。

【0007】しかしながら、この様な方法で酸化処理したカーボンブラックは、酸化剤の作用が強い為か、カーボンブラックの表面を著しく浸食し、表面積を増大するとともに、水に可溶なフミン酸を生成する。また、この様な処理で生成したカーボンブラックの官能基は、理由は不明であるが、水との馴染みが不十分で分散安定性は十分ではないことが本発明者の検討により判明した。このように、以上説明した従来技術である次亜塩素酸ナトリウムや気相中のオゾンを酸化剤として酸化処理をしたカーボンブラックを含む水性インキ中には、フミン酸やNaイオンが大量に存在することとなり、たとえば、特公平7-51687号公報にも記載されているように、これらの不純物がノズルやペン先で固体物となり、目詰まりの原因となる。

【0008】また、酸化処理法として特開昭50-142626号公報には水性媒体とカーボンブラックを攪拌混合しながら、攪拌槽下部より細孔を通じてオゾンを曝気する方法も記載されている。しかしながら、ここではフラッシング（顔料粉末の水性混合物に、攪拌しながら油を添加して顔料粉末を油相に移行させる）により油等の疎水性ベヒクルに分散させる方法が記載されているのであって、水性インキ用、特にインクジェット用インキの顔料として好適に用いることのできる水性媒体への分散性の優れたカーボンブラックについては何等記載されていない。オゾンの導入量としてもファーネスブラックの比表面積1=に対して $2 \times 10 - 5 \text{ g r}$ モルを超えて導入することは好ましくないとされており、得られるカーボンブラックの酸化の程度は低いものが好ましいことを意図していることが推測されるものの、具体的な酸化の程度についても記載されてはいない。このように、従来は水性インキ用、特にインクジェット用インキの顔料として好適に用いることのできる水性媒体への分散性の優れたカーボンブラックを得る方法は見いだされておらず、カーボンブラックを水性インキ用顔料に用いるには問題があった。

【0009】本発明は、上記の従来技術における問題を解決し、分散安定性に優れ、ノズルやペン先での目詰まりの発生が抑えられ、吐出安定性に優れた水性インキ用顔料並びにインキを提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者は、カーボンブラックに、水の存在下でオゾンを反応させることにより、気相中のオゾンで酸化処理した時や次亜塩素酸ナトリウム溶液で処理した時とは異なり、フミン酸含有量が少なく、またナトリウムイオン等のアルカリイオンが少なく、さらには分散安定性のよいカーボンブラック水分散体を提供できることを見出し本発明に到達した。このような簡易な操作により驚くべきことに水分散性が極めて良好なカーボンブラックを得ることができるとの知見を得たものである。すなわち本発明は、水の存在下、カ

一ボンブラックの全酸性基量が $3 \mu \text{eq u}/\text{m}^2$ 以上となるまでカーボンブラックをオゾンにより酸化することを特徴とする酸化処理カーボンブラックの製造方法等に存する。

【0011】

【発明の実施の形態】まず本発明で酸化処理に供するカーボンブラックは特に制限されず、従来よりインキ用顔料として用いられているカーボンブラックであればいずれも用いることができる。酸化処理に供するカーボンブラックの粒子径は限定されないが 100 nm 以下、さらには 30 nm 以下のものが粒子の沈降が特に抑えられ最適である。またカーボンブラック中のアルカリ金属、アルカリ土類金属は水中に溶解し、液中のオゾン酸化の効率を低下するので、少ない方がよいが、好ましくは総量として1重量%以下、より好ましくは0.5重量%以下、さらに好ましくは0.1重量%以下が好ましい。

【0012】また、カーボンブラック中の硫黄や硫黄化合物、あるいは、塩素化合物はオゾンで酸化されて溶液中で強酸となり、カーボンブラックの表面に生成した官能基がイオンになることを妨害する作用を有することから、極力、少ないことが望まれるが、全硫黄分析値、あるいは全塩素分析値で各々0.5重量%、好ましくは0.1%重量以下が好ましい。硫黄含有量を低下するには、カーボンブラックの原料として用いる芳香族炭化水素、燃料として用いる液体炭化水素や气体炭化水素として低硫黄含有量の物を用いることで可能である。また塩素含有量は、カーボンブラック製造時の冷却水として用いる水として純水を使用することにより、低下することができる。カーボンブラック中の硫黄量は、例えばカーボンブラックを 0.1 g 精粹し、ペストフ社製「SULMHOGRAPH 12A」にて測定することが出来る。

【0013】酸化処理に供するカーボンブラックはあらかじめ酸化する必要は無いが、水存在下でのオゾン酸化に先立ち、従来公知である硝酸や気相のオゾンで処理をしたカーボンブラックを本発明の方法により酸化処理してもかまわない。本発明では上述のカーボンブラックを酸化処理するに際し、水の存在下で行うことを特徴とする。水の量は、カーボンブラックと水との比率（重量比）で95:5~0.5:99.5が適当であり、より好ましくは50:50~2:98、さらに好ましくは20:80~5:95の範囲がよい。こうして水とカーボンブラックを混合し、この混合体にオゾンを導入してカーボンブラックの酸化処理を行う。具体的にはオゾン及び/又はオゾン含有ガスを通じてカーボンブラックの酸化処理を行うことができる。

【0014】本発明で酸化処理に用いる酸化剤であるオゾンは、従来よりカーボンブラックの酸化に使用されている他の酸化剤である硝酸、窒素酸化物、硫酸、次亜塩素酸類では高温下で酸化反応が進むのとは異なり、室温でカーボンブラックを酸化することができるものであ

る。

【0015】オゾン発生機によりオゾンを発生させ、これを水とカーボンブラックの混合物に導入することにより、水の存在下でカーボンブラックを酸化処理することができる。オゾン発生機としては、空気や酸素中で放電することによりオゾンを発生させるものが一般的であるが、水を電気分解することにより発生させることも可能である。本発明で用いるオゾンを発生させるための発生機としては、方式に関わらずいずれも使用することができるが、オゾンの発生濃度が高いほどカーボンブラックの酸化の反応効率が良いので好ましい。一般的にはオゾン濃度1～20重量%のオゾン含有ガスを発生させる発生機が市販されておりこれらで充分である。

【0016】このように、本発明においては水の存在下でオゾンによりカーボンブラックの酸化を行い、後述のようにカーボンブラックの表面の全酸性基量が特定量となるまで酸化するものである。このような簡易な操作により特性の優れた酸化カーボンブラックが得られる機構は明らかではないが、カーボンブラックの表面に水が存在すると、オゾンがカーボンブラック表面に直接反応しないで、オゾンは一担水に溶解し、酸化力が弱まった状態で酸化すると考えられる。また水が存在するため、温度が上がり、カーボンブラックと反応した時に、カーボンの奥深くまで反応しないため、フミン酸が生じないことも考えられる。さらに、水の存在下で反応することにより、生じる官能基も水との馴染みが良く、分散安定性を発揮するものとなることも考えられる。

【0017】これらの理由により、気相でのオゾン酸化により同程度の全酸性基を有する程度にまで酸化されたカーボンブラックに比べてもなお、水中での分散性が大きく向上した酸化処理されたカーボンブラックとなると*

$$0.01(N) \times 60(cc) - 0.025(N) \times \text{滴定量}(cc) \times 1.5$$

全酸性基 =

1000 × カーボンブラック重量(g)

【0020】全酸性基が $3 \mu\text{equ}/\text{m}^2$ 未満では水性媒体への分散が困難となる。より好ましくは $6 \mu\text{equ}/\text{m}^2$ 以上とすれば、水性媒体への分散性が非常に良好となる。全酸性基の上限は特に制限されないが、好ましくは $2.5 \mu\text{equ}/\text{g}$ 以下、特に好ましくは $2.0 \mu\text{equ}/\text{g}$ 以下とする。 $2.5 \mu\text{equ}/\text{g}$ を超えても分散性向上効果は頭打ちとなる一方、カーボンブラックが分解してフミン酸等の有機物となることにより歩留りは低下する。

【0021】また、本発明により、従来技術による酸化処理に比較して、酸化処理カーボンブラック中のフミン酸含有量を抑えることができる。フミン酸とは、一般的に、石炭等の炭素を酸化剤で処理した時に生成する、多環芳香族化合物にカルボキシル基や水酸基の官能基が結合した物質で、褐色のものである。この物質は単一の物ではなく、分子量分布を持つが、カーボンブラックを

* いう意外な効果を発揮するものと推測される。このような水の存在下でのオゾン酸化反応では、得られる分散液の pH は低くなり、また通常、液中の pH が低くなるとカーボンブラックの凝集が進むと言われているが、本発明で得られる酸化処理カーボンブラックは液の pH が 2 でも分散安定性が良いという水性インキ用顔料として極めて優れた特性を有する。さらには、本発明で得られる酸化処理カーボンブラックを含有する分散液に NaOH 等のアルカリを添加した場合でも、pH が 1.2 に至るまで分散安定性が極めて優れたものである。本発明では、以上説明した水存在下でのオゾンによる酸化処理により、カーボンブラックの全酸性基が $3 \mu\text{equ}/\text{m}^2$ 以上となるまで酸化処理する。全酸性基の量は、NaOH や KOH 等の強アルカリと反応した量として求めることができる。

【0018】この全酸性基を求める方法としては以下の通りである。酸化処理したカーボンブラックを、0.1 ミクロンのメンブランフィルターを用いて濾過を行い水と分離する。この分離したカーボンブラックを 60°C の乾燥機で 1 昼夜乾燥した後、メノウ乳鉢で粉碎する。この乾燥後のカーボンブラックを 0.2 から 0.5 g 取り、0.01 N の NaOH を 60 cc 入れた三角フラスコに入れ、窒素を三角フラスコに流し、スターラーで 6 時間攪拌をして反応させる。この反応物を再び 0.1 ミクロンのメンブランフィルターを用いて濾過を行い、濾過液を得る。この濾過液を 40 cc 取り、0.025 N 塩酸を用い自動中和滴定装置で滴定を行い濾過液の NaOH 濃度を求める。カーボンブラックの全酸性基は次の計算により求めることができる。

【0019】

【数 1】

酸化処理した時のフミン酸は紫外の特定波長の吸収を持つことからその波長での吸光度として濃度を求めることができる。

【0022】このフミン酸の濃度の分析は、カーボンブラック分散液を 0.1 ミクロンのメンブランフィルターを用い、カーボンブラックを濾過する。このカーボンブラックを 60°C で 1 昼夜乾燥しこの 1.0 g を三角フラスコに入れ、その上に水 100 cc を入れ、超音波分散機を用いて分散抽出操作を 10 分間行う。抽出後、0.1 ミクロンのメンブランフィルターを用いて加圧濾過を行う。濾過の初期には、カーボンブラックが一部漏れ出てくるので、初期の液は捨て、カーボンブラックが完全に取り除かれた液を採取する。この液を、10 mm 角の石英吸光度測定セルにいれ、光度計で紫外 $250 \sim 260 \text{ nm}$ の最大吸光度を測定し、この値を抽出フミン酸濃度とする。なお、液の吸光度が高すぎて光度計では吸光

度が測定できない場合は、液を一旦希釈して測定した値に希釈倍率を掛けて、吸光度を求める。

【0023】本発明においては上述のように酸化処理によるフミン酸の発生が抑制できる。このため例えば抽出フミン酸量が、抽出液の吸光度で1以下である酸化処理カーボンブラックも容易に得ることができ、ノズルやペン先での固体物発生による詰まりを抑え、インキ用途、特にインクジェット用インキにおける黒色顔料として特に優れた特性を發揮することができる。なおここで抽出フミン酸とは上記の分散抽出操作により抽出され吸光度として測定されるフミン酸をいう。

【0024】このように本発明により水の存在下でオゾン酸化することによりカーボンブラックの全酸性基が $3 \mu\text{eq u}/\text{m}^2$ 以上となるまで酸化処理してなる本発明の酸化処理カーボンブラックは、水で希釈するだけで容易に水中に分散される。好ましくはカーボンブラック濃度を20重量%以下として水で希釈すれば、そのままで分散剤の添加やビーズミル等による分散処理をしなくとも十分水媒体中での分散安定性が保たれるという極めて画期的な効果を發揮するものである。

【0025】なお、カーボンブラック中に粒径 $1 \mu\text{m}$ 以上の炭素異物が存在する場合には濾過操作により粒子を除去すればよい。以上説明した本発明の酸化処理カーボンブラックは、各種の媒体と混合して有用であるが、特に水性媒体に分散して水性分散液とすることにより、優れた性能を有する水性インキとすることができます。なおここで水性媒体とは、水あるいは水とこれに混和する極性溶媒との混合物をいい、極性溶媒の具体例としてはエタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、グリセリン、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール等のグリコール系溶剤、N-メチルピロリドン、2-ピロリドン等の含N系溶剤の他尿素等が代表的である。

【0026】水性分散液中の酸化処理カーボンブラックの濃度は用途に応じて適宜選択すればよいが、好ましくは0.5~50重量%、特に好ましくは0.5~20重量%含有させたカーボンブラック水性分散液とするのが好ましい。この範囲であればインキとした場合の印字濃度が良好で、しかもインキの粘度が抑えられ、優れた特性のインキを得ることができる。水性分散液のpHは限定されないが、特にpH2~10とするのが好ましい。本発明の酸化処理カーボンブラックは、このように広範囲のpHにおいて水への分散性が優れている。

【0027】こうして得られるカーボンブラック水性分散液は、例えばカーボンブラックの濃度が20wt%を超える場合等には必要に応じて分散剤を添加する等、各種の添加剤を加え水性インキとして使用することができる。また必要に応じ濃縮、乾燥し、その後別途希釈してインキとして使用することもできる。この場合酸化処理カーボンブラックを水に添加し、ビーズミル、ボールミル、衝撃性分散機等による分散処理を用いることもでき

る。

【0028】インキ化する際の添加剤としては例えば浸透剤、定着剤、防かび剤等が挙げられる。浸透剤としては、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル等のノニオン系界面活性剤、アルキルベンゼンスルホン酸塩等のアニオン系界面活性剤の他、フッ素系界面活性剤、ジエチレングリコールモノブチルエーテルなどを使用することができる。定着剤としては、水溶性樹脂（ポリビニルアルコール、ポリアクリルアミドなどのノニオン系水溶性樹脂、ポリアクリル酸、ステレン/アクリル系水溶性樹脂などのアニオン系水溶性樹脂等）の他、水性エマルジョンも使用できる。

【0029】一般にインクジェット用のインクとして使用する際には、カーボンブラック濃度として1~20重量%、好ましくは5~10重量%のものが使用される。インクジェット用インクとして使用する際は、pH7~10に整えて用いるのが望ましい。こうして得られる本発明のインキは、インクジェット用のインクとして必要な、液滴形成の安定性吐出安定性、長時間の吐出安定性、長時間休止後の吐出安定性、保存安定性、被記録材への定着性、記録画像の耐候性等いずれもバランスのとれたものとなる。

【0030】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。

実施例1

市販カーボンブラック（三菱化学（株）製「#47」、硫黄量0.5%、アルカリ金属及びアルカリ土類金属の総含有量0.1%）を20g、水500ccに入れ、家庭用ミキサーで5分間分散した。得られた液を、攪拌機の付いた3リットルのガラス容器に入れた。攪拌機で攪拌しながら、オゾン濃度8重量%のオゾン含有ガスを500cc/分で2時間導入した。

【0031】この際オゾン発生器としてペルメレック電極社の電解発生型のオゾナイザーを用いてオゾンを発生させた。オゾン処理後の液を取り出しpHを測定したところ2.5であった。（pHの測定は、JIS K 6221による。）

また、この液中の粒度分布を日機装社製マイクロトラップUPAで測定したところ平均50%分散径で77nmであり、この液を取り、光学顕微鏡を用い、400倍の倍率で確認したところ良好な分散状態で全体がミクロブルーン運動をしており経時により凝集することもなく、分散安定性が良好であることがわかった。

【0032】次いで、この液を0.1ミクロンの径を有するミクロボアフィルターで濾過しカーボンブラックを取り除き濾液を得、この濾過残のカーボンブラックの抽出フミン酸の濃度を測定したところ、紫外255nmの吸光度で0.1であった。一方、濾過残のカーボンブラックを60°Cで乾燥をし、全酸性基を測定したこと

ろ、 $450 \mu\text{equ/g}$ であった。また窒素吸着比表面積は 120m^2 であった。したがって単位面積あたりの全酸性基は $3.75 \mu\text{equ/m}^2$ であった。

【0033】さらに、この分散液に 0.1N の NaOH 溶液を添加し PH を 10 に調整をした。さらに PH を 12 に上げても、粒度分布は変化せず 78ミクロン であり、光学顕微鏡でも分散状態は良好であった。これらの 2種類の分散液を 5000rpm の遠心分離で、(株) NEC 製のカートリッジに詰め NEC (株) 製プリンター「PR101」を用いて印字をしたところにじみやかすれの無い良好な印字物が得られた。

【0034】実施例2

実施例1でのオゾン反応時間を4時間に変更した以外は同様に処理を行った。得られた分散液の PH は 2.2 で、平均 50% 分散径は 70nm であり、単位比表面積当たりの全酸性基は $6.9 \mu\text{equ/m}^2$ 、濾過残のカーボンブラックの抽出フミン酸の濃度は紫外 255nm の吸光度で 0.1 であった。この分散液の光学顕微鏡分散は良好で、(株) NEC 製のカートリッジにインキを詰めて実施例1同様に印字を実行したところ、にじみやかすれの無い良好な印字物が得られた。

【0035】実施例3

実施例2でのカーボンブラックを「#960」(三菱化学(株)製、硫黄量 0.3% 、アルカリ金属及びアルカリ土類金属の総含有量 0.12%) に変更した以外は同様に処理を行った。得られた分散液の PH は 2.1 であった。濾液残のカーボンブラックの全酸性基は $900 \mu\text{equ/g}$ 、比表面積は 240m^2 であり、単位比表面積当たりの全酸性基は $3.75 \mu\text{equ/m}^2$ となる。平均 50% 分散径は 45nm であった。また、抽出フミ

10

ン酸の濃度は紫外 255nm の吸光度 0.3 であった。

【0036】比較例1

カーボンブラック「#47」を 20g 取り、 105°C で1時間乾燥し、冷却後 5cm 径で長さ 20cm のガラスカラムに入れ、下から 8wt\% のオゾンを流し2時間反応させた。得られた酸化処理カーボンブラックの全酸性基は $800 \mu\text{equ/g}$ 、比表面積 122m^2 、単位比表面積当たりの全酸性基は $6.57 \mu\text{equ/m}^2$ であった。実施例1同様の操作により測定したところ、抽出フミン酸量は紫外 255nm の吸光度で 4.0 であった。このカーボンブラック 4g を水 100cc に入れ、ホモミキサーで5分攪拌した。

【0037】この混合液中の、カーボンブラックの様子を光学顕微鏡で観察したところ、粒径 400nm 程度の凝集物がたくさん見え、分散している状態では無かつた。また、液の PH は 2.8 であった。さらに、この液を 5000rpm で遠心分離したところ、ほとんどのカーボンブラックが沈降してしまい、印字に供することができなかつた。以上の実施例及び比較例からも明らかのように、本発明により水とカーボンブラックが共存する状態でオゾンにより酸化処理することにより、特に分散処理をしなくとも分散安定性が良く、フミン酸等の目詰まりの原因となる不純物が少ない水性インクに使用できる分散液が得られることが分かる。

【0038】

【発明の効果】本発明により特にインクジェット用又は筆記用のインキに使用した場合にノズルのオリフィス中またはその先端での目詰まりや沈降物発生が無く、安定したインキの吐出安定性が得られる黒色顔料として好適なカーボンブラックを得る。

20

30